

**INK COMPOSITION EXCELLENT IN FIXITY OF PRINTING**

Patent Number: JP10120955  
Publication date: 1998-05-12  
Inventor(s): WATANABE KAZUAKI;; TAKEMOTO KIYOHICO;; YAMAGUCHI SHUICHI;; TANAKA NAOMOTO;; WAGI MINORU;; OKAMOTO NAOKI;; ADACHI KAZUMI  
Applicant(s): SEIKO EPSON CORP;; MIKUNI SHIKISO KK  
Requested Patent: JP10120955  
Application Number: JP19970235937 19970901  
Priority Number (s):  
IPC Classification: C09D11/00; B41J2/01; B41M5/00; C09D11/10  
EC Classification:  
Equivalents:

---

**Abstract**

---

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To obtain an ink composition suitable for ink-jet recording, capable of actualizing printing excellent in fixity to a recording medium, especially a coated paper provided with an extremely smooth layer on the surface, containing a specific resin component.

**SOLUTION:** This composition contains (A) a pigment, (B) a resin composed of a copolymer constituted of structural units of formula I, II and III, (C) an organic solvent (e.g. ethylene glycol) and (D) water. Preferably, the component B has 50-70 acid value and 12,000-16,000 molecular weight. The composition ratio of the units I:II:III is preferably (20-25):(60-75):(5-10). The component B is obtained, for example, by copolymerizing butyl acrylate with methyl methacrylate and acrylic acid. Preferably, the objective composition further contains a saccharine, a surfactant as a penetrating agent. The amount of the component A used is 2-15wt.%. When a high-boiling organic solvent is used as the component C, the amount of it used is preferably 2-20wt.%.

---

Data supplied from the **esp@cenet** database - I2

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-120955

(43)公開日 平成10年(1998) 5月12日

(51)Int.Cl. <sup>8</sup>	識別記号	F I
C 0 9 D 11/00		C 0 9 D 11/00
B 4 1 J 2/01		B 4 1 M 5/00 E
B 4 1 M 5/00		C 0 9 D 11/10
C 0 9 D 11/10		B 4 1 J 3/04 1 0 1 Y

審査請求 未請求 請求項の数9 O L (全 6 頁)

(21)出願番号	特願平9-235937	(71)出願人	000002369 セイコーエプソン株式会社 東京都新宿区西新宿2丁目4番1号
(22)出願日	平成9年(1997)9月1日	(71)出願人	591064508 御国色素株式会社 兵庫県姫路市御国野町国分寺138-1
(31)優先権主張番号	特願平8-231074	(72)発明者	渡 辺 和 昭 長野県諏訪市大和三丁目3番5号 セイコ ーエプソン株式会社内
(32)優先日	平8(1996)8月30日	(72)発明者	竹 本 清 彦 長野県諏訪市大和三丁目3番5号 セイコ ーエプソン株式会社内
(33)優先権主張国	日本 (J P)	(74)代理人	弁理士 佐藤 一雄 (外2名) 最終頁に続く

(54)【発明の名称】 印字の定着性に優れたインク組成物

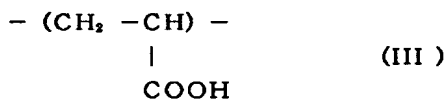
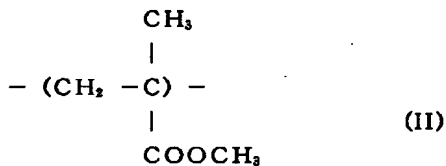
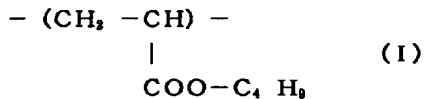
(57)【要約】

【課題】 表面が平滑なコート紙においても定着性に優れた印字が実現できるインク組成物の提供。さらに、インクジェット記録方法において目詰まりや析出物を生じさせないインク組成物の提供。

【解決手段】 インク組成物に、アクリル酸ブチル、メタクリル酸メチル、およびアクリル酸の共重合体を添加する。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】顔料と、樹脂と、有機溶媒と、水とを少なくとも含んでなるインク組成物であって、前記樹脂が、下記の式(I)、式(II)、および式(III)で表される構造単位を含んでなる共重合体である、インク組成物。



【請求項2】前記共重合体が、酸価が50～100であり、かつ分子量として10,000～20,000を有するものである、請求項1記載のインク組成物。

【請求項3】前記共重合体がランダム共重合体である、請求項1または2記載のインク組成物。

【請求項4】前記共重合体が、前記式(I)、式(II)、および式(III)で表される構造単位を15～30:55～85:5～15の組成比で含んでなるものである、請求項1～3のいずれか一項に記載のインク組成物。

【請求項5】糖を更に含んでなる、請求項1～4のいずれか一項に記載のインク組成物。

【請求項6】界面活性剤を更に含んでなる、請求項1～5のいずれか一項に記載のインク組成物。

【請求項7】インク組成物を付着させて記録媒体に印字を行う記録方法であって、インク組成物として請求項1～6に記載のインク組成物を用いる、方法。

【請求項8】インク組成物の液滴を吐出し記録媒体に付着させて印字を行うインクジェット記録方法であって、インク組成物として請求項1～6に記載のインク組成物を用いる、インクジェット記録方法。

【請求項9】請求項7または8に記載の記録方法によって記録が行われた、記録物。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

## 【発明の背景】

## 発明の分野

本発明は、特定の樹脂成分を含んでなるインク組成物、特にインクジェット記録方法に好ましく用いられるインク組成物に関する。

## 【0002】背景技術

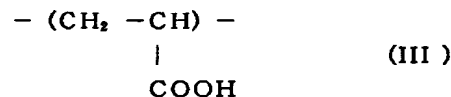
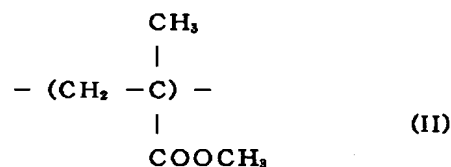
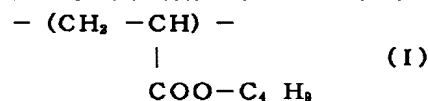
インク組成物を用いた記録方法にあって、記録された印字が記録媒体に確実に定着されることはインク組成物に要求される重要な性能である。とりわけ、最近、高級感を与えるためにその表面を極めて平滑したコート紙などが記録媒体として用いられている。このような表面が平滑な記録媒体にあっても、十分な耐擦性ある印字を平滑な面において実現できるインク組成物が求められる。

【0003】また、最近、インク組成物の小滴を飛翔させ、紙等の記録媒体に付着させて印刷を行うインクジェット記録方法が広く普及してきている。インクジェット記録方法によれば、比較的安価な装置で高解像度、高品位な画像を、高速で印字できるため、記録物により付加価値を与えるために、その表面を平滑にしたコート紙が多用されつつある。よって、記録媒体への良好な定着性を有する印字の実現は、インクジェット記録用インク組成物にあっても重要な要求性能となってきている。

## 【0004】

【発明の概要】本発明者等は、今般、特定組成の樹脂成分の添加により印字の記録媒体への定着性を改善できるとの知見を得た。本発明はかかる知見に基づくものである。

【0005】従って、本発明によるインク組成物は、顔料と、樹脂と、有機溶媒と、水とを少なくとも含んでなるインク組成物であって、前記樹脂が、下記の式(I)、式(II)、および式(III)で表される構造単位を含んでなる共重合体であるものである。



## 【0006】

【発明の具体的説明】本発明によるインク組成物を用いた記録方式に用いられる。インク組成物を用いた記録方式とは、例えば、インクジェット記録方式、ペン等による筆記具による記録方式、その他各種の印字方式が挙げられる。特に本発明によるインク組成物は、インクジェット記録方法に好ましく用いられる。

【0007】本発明によるインク組成物によれば、記録媒体への定着性に優れた印字が得られる。特に、表面が極めて平滑な層を設けたコート紙などの記録媒体においても高い定着性を有する印字を実現できる。

【0008】また、インク組成物を極めて細いノズルから吐出するインクジェット記録方法に用いられるインク組成物にあっては、その細いノズルを目詰まりさせない、またノズル近傍に析出物を生じさせないなどの性質が求められる。本発明によるインク組成物によれば、インクジェット記録方法に用いられた場合にあっては、目詰まりを起こしにくく、またノズル近傍に析出物を生じさせないとの利点もえられる。

【0009】本発明によるインク組成物は基本的に顔料と、樹脂と、有機溶媒と、水とを含んでなるものである。そして、本発明によるインク組成物に含まれる樹脂とは、前記した下記の式(I)、式(II)、および式(III)で表される構造単位を含んでなる共重合体である。式(I)において側鎖のブチル基はn-ブチルが好ましい。この樹脂は、その酸価が50~100、好ましくは50~70であり、かつ分子量として10,000~20,000、好ましくは12,000~16,000を有する。本発明の好ましい態様によれば、この共重合体の前記式(I)、式(II)、および式(III)で表される構造単位の組成比は15~30:55~85:5~15が好ましく、より好ましくは20~25:60~75:5~10である。酸価および分子量が上記範囲にあることで、より良好な定着性が得られ、更にインクジェット記録方法に用いられた場合、目詰まりおよび析出物の発生をより有効に阻止することができるので有利である。本発明の好ましい態様によれば、この共重合体はランダム共重合体であるのが好ましい。

【0010】この共重合体は次のように製造することができる。例えば、アクリル酸ブチル、メタクリル酸メチル、およびアクリル酸をモノマーとし、それを公知の懸濁重合、連続塊重合、溶液重合などの方法に準じて共重合させることによって得ることができる。より具体的には、モノマーを溶媒に溶解させ、アゾイソブチロニトリル等の重合開始剤とともに加熱重合させる、いわゆるラジカル重合により確実簡易に目的物を得ることができる。

【0011】本発明によるインク組成物に添加される顔料としては、特別な制限なしに無機顔料、有機顔料を使用することができる。無機顔料としては、酸化チタンおよび酸化鉄に加え、コンタクト法、ファーネス法、サーマル法などの公知の方法によって製造されたカーボンブラックを使用することができる。また、有機顔料としては、アゾ顔料(アゾレーキ、不溶性アゾ顔料、縮合アゾ顔料、キレートアゾ顔料などを含む)、多環式顔料(例えば、フタロシアニン顔料、ペリレン顔料、ペリノン顔料、アントラキノン顔料、キナクリドン顔料、ジオキサジン顔料、チオインジゴ顔料、イソインドリノン顔料、キノフラロン顔料など)、染料キレート(例えば、塩基性染料型キレート、酸性染料型キレートなど)、ニトロ顔料、ニトロソ顔料、アニリンブラックなどを使用でき

る。

【0012】インクへの顔料の添加量は、0.5~25重量%程度が好ましく、より好ましくは2~15重量%程度である。

【0013】本発明の好ましい態様によれば、これらの顔料は、分散剤または界面活性剤で水性媒体中に分散させて得られた顔料分散液としてインクに添加されるのが好ましい。好ましい分散剤としては、顔料分散液を調製するのに慣用されている分散剤、例えば高分子分散剤を使用することができる。

【0014】分散剤または界面活性剤の好ましい例としては、ポリアクリル酸、ポリメタクリル酸、アクリル酸-アクリロニトリル共重合体、酢酸ビニル-アクリル酸エステル共重合体、アクリル酸-アクリル酸アルキルエステル共重合体、スチレン-アクリル酸共重合体、スチレン-メタクリル酸共重合体、スチレン-アクリル酸-アクリル酸アルキルエステル共重合体、スチレン-メタクリル酸-アクリル酸アルキルエステル共重合体、スチレン- $\alpha$ -メチルスチレン-アクリル酸共重合体、スチレン- $\alpha$ -メチルスチレン-アクリル酸-アクリル酸アルキルエステル共重合体、スチレン-マレイン酸共重合体、ビニルナフタレン-マレイン酸共重合体、酢酸ビニル-エチレン共重合体、酢酸ビニル-脂肪酸ビニルエチレン共重合体、酢酸ビニル-マレイン酸エステル共重合体、酢酸ビニル-クロトン酸共重合体、酢酸ビニル-アクリル酸共重合体が挙げられる。

【0015】本発明の好ましい態様によれば、これらの共重合体は重量平均分子量が3,000~50,000程度であるのが好ましく、より好ましくは5,000~30,000程度、最も好ましくは7,000~15,000程度である。

【0016】分散剤の添加量は、顔料を安定に分散させ、本発明による他の効果を失わない範囲で適宜添加されて良い。本発明の好ましい態様によれば、その使用量は顔料:分散剤として1:0.06~1:3程度の範囲が好ましく、より好ましくは1:0.125~1:3程度の範囲である。

【0017】本発明によるインク組成物に添加される有機溶媒の具体例としては高沸点有機溶媒が挙げられる。高沸点有機溶媒は、インク組成物の乾燥を防ぐことによりヘッドの目詰まりを防止する。高沸点有機溶媒の好ましい例としては、エチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、プロピレングリコール、ブチレングリコール、1,2,6-ヘキサントリオール、チオグリコール、ヘキシレングリコール、グリセリン、トリメチロールエタン、トリメチロールアロパンなどの多価アルコール類;エチレングリコールモノエチルエーテル、エチレングリコールモノブチルエーテル、ジエチレングリコールモノメチルエーテル、ジエチレン

グリコールモノエチルエーテル、ジエチレングリコールモノブチルエーテル、トリエチレングリコールモノメチルエーテル、トリエチレングリコールモノエチルエーテル、トリエチレングリコールモノブチルエーテルなどの多価アルコールのアルキルエーテル類、尿素、2-ピロリドン、N-メチル-2-ピロリドン、1,3-ジメチル-2-イミダゾリジノン、トリエタノールアミンなどがあげられる。

【0018】高沸点有機溶媒の添加量は特に限定されないが、好ましくは0.5~40重量%程度であり、より好ましくは2~20重量%程度である。

【0019】また、本発明によるインク組成物は有機溶媒として低沸点有機溶剤を含んでいてもよい。低沸点有機溶剤の好ましい例としては、メタノール、エタノール、n-プロピルアルコール、iso-プロピルアルコール、n-ブタノール、sec-ブタノール、tert-ブタノール、iso-ブタノール、n-ペンタノールなどがあげられる。特に一価アルコールが好ましい。低沸点有機溶剤は、インクの乾燥時間を短くする効果がある。低沸点有機溶剤の添加量は0.5~10重量%が好ましく、より好ましくは1.5~6重量%の範囲である。

【0020】本発明の好ましい態様によれば、本発明によるインク組成物は浸透剤を含んでいてもよい。浸透剤としては、アニオン性界面活性剤、カチオン性界面活性剤、両性界面活性剤等の各種界面活性剤、メタノール、エタノール、iso-プロピルアルコール等のアルコール類、エチレングリコールモノメチルエーテル、ジエチレングリコールモノエチルエーテル、ジエチレングリコールモノブチルエーテル、トリエチレングリコールモノブチルエーテル、プロピレングリコールモノブチルエーテル、ジプロピレングリコールモノブチルエーテル等の多価アルコールの低級アルキルエーテルなどがあげられる。

【0021】本発明の好ましい態様によれば、インク組成物は糖を含有してなるのが好ましい。糖類の例としては、単糖類、二糖類、オリゴ糖類（三糖類および四糖類を含む）および多糖類があげられ、好ましくはグルコース、マンノース、フルクトース、リボース、キシロース、アラビノース、ガラクトース、アルドン酸、グルシール、マルトース、セロビオース、ラクトース、スク

ロース、トレハロース、マルトトリオース、などがあげられる。ここで、多糖類とは広義の糖を意味し、アルギン酸、 $\alpha$ -シクロデキストリン、セルロースなど自然界に広く存在する物質を含む意味に用いることとする。

【0022】また、これらの糖類の誘導体としては、前記した糖類の還元糖（例えば、糖アルコール（一般式 $\text{HOCCH}_2(\text{CHOH})_n\text{CH}_2\text{OH}$ （ここで、 $n=2\sim 5$ の整数を表す）で表される）、酸化糖（例えば、アルドン酸、ウロン酸など）、アミノ酸、チオ糖などがあげられる。特に糖アルコールが好ましく、具体例としてはマルチトール、ソルビットなどがあげられる。

【0023】これら糖類の含有量は、インクの0.1~40重量%、好ましくは0.5~30重量%の範囲が適当である。

【0024】本発明によるインク組成物は、その他必要に応じて、pH調整剤、防腐剤、防かび剤等を添加しても良い。

【0025】

【実施例】以下本発明を以下の実施例によって詳細に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

#### 【0026】樹脂の製造

アクリル酸-アクリル酸ブチル-メタクリル酸メチル共重合体を次のように合成した。すなわち、メタクリル酸メチル280g、アクリル酸ブチル88g、アクリル酸32g、アゾビスイソブチロニトリル0.74g、およびベンゼン368gの溶液を、ときどき振とうしながら、60℃で6.5時間加熱重合した。反応物を3Lのメチルエチルケトンに溶解し、7倍量のヘキサンで沈殿させて分子量12,000~16,000の共重合体を得た。

#### 【0027】インク組成物

下記の表に示される組成のインク組成物を調製した。具体的には、顔料と分散剤とを混合し、サンドミル（安川製作所製）中で、ガラスビーズ（直径1.7mm、混合物の1.5倍量）とともに2時間分散させた。その後ガラスビーズを取り除き、他の成分を加え常温で20分間攪拌した。最後に5 $\mu\text{m}$ のメンブレンフィルターでろ過して、インク組成物を得た。

【0028】

【表1】

	実施例1 (Bk)	実施例2 (Bk)	実施例3 (Bk)	実施例4 (C)	実施例5 (M)	実施例6 (Y)	比較例1 (Bk)	比較例1 (C)
顔 料	2.5%	2.5%	2.5%	2.5%	2.5%	2.5%	2.5%	2.5%
樹 脂	1.2%	1.5%	3.0%	1.2%	1.2%	1.2%	-	-
分散剤	1.0%	1.0%	1.0%	1.0%	1.0%	1.0%	1.0%	1.5%
エマルジョン	1.5%	1.5%	1.5%	1.5%	1.5%	1.5%	1.5%	1.5%
マルチトース	6.3%	6.3%	6.3%	6.3%	6.3%	6.3%	6.3%	6.3%
スクロース	0.7%	0.7%	0.7%	0.7%	0.7%	0.7%	0.7%	0.7%
グリセリン	10.0%	10.0%	10.0%	13.5%	12.0%	9.0%	10.0%	13.5%
2-ピロリドン	2.0%	2.0%	2.0%	2.0%	2.0%	2.0%	2.0%	2.0%
トリエタノール	0.9%	0.9%	0.9%	0.9%	0.9%	0.9%	0.9%	0.9%
KOH	0.1%	0.1%	0.1%	0.1%	0.1%	0.1%	0.1%	0.1%
ハイテノール	0.8%	0.8%	0.8%	0.8%	0.8%	0.8%	0.8%	0.8%
純 水	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量

表中、樹脂とは上で合成したアクリル酸-アクリル酸ブチル-メタクリル酸メチル共重合体である。また、分散剤としてスチレンアクリル酸共重合体を、樹脂エマルジョンとして大日本インキ株式会社製ボンコート4001（アクリル系樹脂エマルジョン、樹脂成分50%、MFT=5%）を用いた。またハイテノールとは、第一工業製薬製の界面活性剤ハイテノールNO7である。

【0029】また、表中のインク組成物の顔料、樹脂は次の通りであった。

【0030】実施例1～3：（ブラックインク）

カーボンブラックMA7（三菱化成株式会社製）

実施例4：（シアンインク）

KETBLUE EX-1（大日本インキ化学工業株式会社製）

実施例5：（マゼンタインク）

KETBRED309（大日本インキ化学工業株式会社製）

実施例6：（イエローインク）

KETYELLOW403（大日本インキ化学工業株式会社製）

#### 評価試験

上記の実施例1～6および比較例1および2のインク組成物を次のように評価した。

【0031】評価1：定着性

インクジェットプリンタMJ510C（セイコーエプソン株式会社製）を用いて、インクジェットプリンタ用専用光沢フィルム（セイコーエプソン株式会社製）にインク組成物を印刷した。その後、印刷物を24時間自然乾燥させた。

【0032】（1）耐ラインマーカ-性

乾燥させた印字物を、イエロー水製蛍光ペン（ゼブラ社

製ZEBRA PEN2）を用いて、筆圧4.9×10<sup>5</sup> N/m<sup>2</sup>で擦り、印字物の汚れ具合を調べた。その結果を下記の基準で評価した。

【0033】1回の擦りでは汚れが全く生じない-A

1回の擦りで汚れが生じる-NG

その結果は下記の表に記載の通りであった。

【0034】（2）粘着テープ試験

印刷物の印刷部分に粘着テープ（セロハンテープ：セキスイテープ（セキスイ化学製））を貼り、指で2回ないし3回擦った後に粘着テープを引き剥がした。その部分の印刷物の状態を目視で観察し、次の基準で評価した。

【0035】インク（着色剤）の専用光沢面からの剥離が全くない-A

インク（着色剤）の専用光沢面と粘着テープの粘着剤面の両方にある-NG

その結果は下記の表に記載の通りであった。

【0036】評価2：目詰まり特性

インクジェットプリンタMJ510Cのヘッドにインク組成物を充填し、10分間連続して英数文字を印刷した。その後プリンタを停止し、ヘッドにキャップをせずに40℃、25%Rhの環境下で2週間または1月間放置した。放置後、再び英数文字を印刷し、放置前と同等の印字が得られるまでに要した目詰まり復帰動作の回数を調べた。

【0037】その結果を次の基準で評価した。

【0038】0～2回の復帰動作で初期と同等の印刷が可能-A

3回以上の復帰動作で初期と同等の印刷が可能-NG

その結果は下記の表に記載の通りであった。

【0039】

【表2】

	評価1 (定着性)		評価2 (目詰まり性)	
	耐ラインマーカ性	粘着テープ試験	2週間	1月間
実施例1	A	A	A	A
2	A	A	A	A
3	A	A	A	A
4	A	A	A	A
5	A	A	A	A
6	A	A	A	A
比較例1	NG	NG	A	A
2	NG	NG	A	A

フロントページの続き

(72)発明者 山 口 修 一  
長野県諏訪市大和三丁目3番5号 セイコ  
ーエプソン株式会社内  
(72)発明者 田 中 直 基  
長野県諏訪市大和三丁目3番5号 セイコ  
ーエプソン株式会社内

(72)発明者 和 木 稔  
兵庫県姫路市御国野町国分寺138-1 御  
国色素株式会社内  
(72)発明者 岡 本 直 樹  
兵庫県姫路市御国野町国分寺138-1 御  
国色素株式会社内  
(72)発明者 足 立 一 美  
兵庫県姫路市御国野町国分寺138-1 御  
国色素株式会社内

**RECORDING LIQUID FOR INK JET AND INK JET RECORDING METHOD USING THE SAME**

Patent Number: JP2000169769  
Publication date: 2000-06-20  
Inventor(s): UENO YOSHICHIKA  
Applicant(s): TOYO INK MFG CO LTD  
Requested Patent: JP2000169769  
Application Number: JP19980346300 19981207  
Priority Number(s):  
IPC Classification: C09D11/00  
EC Classification:  
Equivalents:

---

**Abstract**

---

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a recording liquid for ink jet which is excellent in dispersion stability and jetting stability, does not cause a pigment to soak into the inside of fibers of a recording paper and improves the optical density on the recording paper by dispersing or dissolving a self-dispersible pigment and a copolymer of acrylic acid with maleic acid (anhydride) in an aqueous medium. **SOLUTION:** In an aqueous medium, a self-dispersible pigment having a particle diameter corresponding to 50% volume accumulation of at least 80 nm, a particle diameter corresponding to 99% volume accumulation of not more than 400 nm, each measured by means of a dynamic laser scattering grain size distribution meter and an average primary particle size of 10-150 nm, and 0.01-1 wt.% of a copolymer having a number average mol.wt. of 1,000-100,000 obtained by copolymerizing acrylic acid with maleic acid (anhydride) in a molar ratio of 5/1 to 1/1 are dispersed or dissolved to obtain the recording liquid for ink jet having a viscosity (25 deg.C) of 0.8-20 mPa.s and a surface tension of 25-60 mN/m. Record is made on a plain paper of a Beck smoothness of 25-80 sec using this recording liquid for ink jet.

---

Data supplied from the esp@cenet database - I2



(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号  
特開2000-169769  
(P2000-169769A)

(43)公開日 平成12年6月20日(2000.6.20)

(51)Int.Cl.  
C09D 11/00

識別記号

FI  
C09D 11/00

テーマコード(参考)  
4J039

審査請求 未請求 請求項の数9 OL (全8頁)

(21)出願番号 特願平10-346300

(22)出願日 平成10年12月7日(1998.12.7)

(71)出願人 000222118

東洋インキ製造株式会社

東京都中央区京橋2丁目3番13号

(72)発明者 上野 嘉睦

東京都中央区京橋二丁目3番13号東洋イン  
キ製造株式会社内

Fターム(参考) 4J039 AD09 AD14 BA04 BC19 BC54  
BE01 BE30 CA06 EA35 EA41  
EA42 EA44 GA24

(54)【発明の名称】 インクジェット用記録液およびそれを用いたインクジェット記録方法

(57)【要約】

【課題】分散安定性、ノズルにおける吐出安定性に優れ、顔料が記録紙の繊維内部にしみ込まず、記録紙上での光学濃度が高い水性インクジェット用記録液、およびそれを用いたインクジェット記録方法の提供。

【解決手段】水性媒体中に、自己分散型顔料およびアクリル酸とマレイン酸またはその無水物との共重合体を分散または溶解してなるインクジェット用記録液、およびベック平滑度20～80秒の普通紙に、上記インクジェット用記録液を用いて記録することを特徴とするインクジェット記録方法。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】水性媒体中に、自己分散型顔料およびアクリル酸とマレイン酸またはその無水物との共重合体を分散または溶解してなるインクジェット用記録液。

【請求項2】自己分散型顔料が、顔料表面にカルボキシル基またはスルホン基を有するカーボンブラックまたは有機顔料である請求項1記載のインクジェット用記録液。

【請求項3】自己分散型顔料及び水のみからなる、顔料濃度20重量%としたときの表面張力が60mN/m以上である顔料分散体に、水性媒体およびアクリル酸とマレイン酸またはその無水物との共重合体を添加してなり、上記自己分散型顔料の、レーザーによる動的光散乱法の粒度分布計で測定した体積累計50%粒子径が80nm以上、体積累計99%粒子径が400nm以下であることを特徴とする請求項1または2いずれか1項に記載のインクジェット用記録液。

【請求項4】アクリル酸とマレイン酸またはその無水物との共重合体の数平均分子量が1000~100000である請求項1ないし3いずれか1項に記載のインクジェット用記録液。

【請求項5】アクリル酸とマレイン酸またはその無水物との共重合体が、アクリル酸とマレイン酸またはその無水物とを5/1~1/1のモル比で重合して得られる共重合体であることを特徴とする請求項1ないし4いずれか1項に記載のインクジェット用記録液。

【請求項6】アクリル酸とマレイン酸またはその無水物との共重合体及び顔料表面のカルボキシル基またはスルホン基の中和剤を含むことを特徴とする請求項2ないし5いずれか1項に記載のインクジェット用記録液。

【請求項7】アクリル酸とマレイン酸またはその無水物との共重合体の記録液中の含有量が0.01~1重量%である請求項1ないし6いずれか1項に記載のインクジェット用記録液。

【請求項8】自己分散型顔料の平均一次粒子径が10~150nmである請求項1ないし7いずれか1項に記載のインクジェット用記録液。

【請求項9】ベック平滑度20~80秒の普通紙に、請求項1記載のインクジェット用記録液を用いて記録することを特徴とするインクジェット記録方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、インクジェット用記録液に関する。さらに詳しくは、分散安定性及び印字特性に優れた、顔料分散型の水性インクジェット用記録液、およびそれを用いた普通紙へのインクジェット記録方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】従来より、水性媒体に顔料を分散した記録液としては、特開昭64-6074号公報、特開昭6

4-31881号公報、特開平3-134073号公報などに開示されているように、顔料を界面活性剤や水溶性樹脂を使用して水系媒体中に分散させたものが使用される。また、特開平8-3498号公報に開示されているように、表面を酸化処理したカーボンブラックを分散剤なしで水系媒体中に自己分散させた記録液も同様に使用される。

【0003】しかしながら、顔料を使用した記録液は、粒子を液体中に分散しているため、染料を使用した記録液と比較してプリンターヘッドにおける目詰まりを発生し易く、吐出安定性を確保するのが難しい。また、一般に顔料の粒度分布は広いため、低粘度の記録液を調製した場合、保存中に粗大粒子を沈降することや、粗大粒子の影響により吐出安定性が低下することが多かった。さらに、自己分散性がない顔料を界面活性剤や水溶性樹脂などの分散剤を使用して分散する場合、比較的多量の分散剤が必要になる。このような分散体を使用して得られた記録液を非塗工紙などのいわゆる普通紙に印字した場合、記録液中に存在する過剰な分散剤の影響で顔料粒子が記録紙の繊維内部に浸透してしまい、満足な光学濃度の印字物が得られない場合が多い。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、上記従来技術の問題点を解決し、分散安定性、ノズルにおける吐出安定性に優れ、顔料が記録紙の繊維内部にしみ込まず、記録紙上での光学濃度が高い水性インクジェット用記録液、およびそれを用いたインクジェット記録方法を提供することにある。

## 【0005】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、水性媒体中に自己分散型顔料を分散させてなるインクジェット用記録液に、アクリル酸とマレイン酸またはその無水物との共重合体を含有させることにより、印字物の光学濃度を向上しうることを見出した。また、ある程度以上の分散粒径を有し、粗大粒子を含まない記録液を使用した場合に、吐出安定性が良好で、かつ普通紙上での光学濃度が高い印字物が得られることを見出し、本発明に至った。

【0006】すなわち、本発明は、水性媒体中に、自己分散型顔料およびアクリル酸とマレイン酸またはその無水物との共重合体を分散または溶解してなるインクジェット用記録液に関する。また、本発明は、自己分散型顔料が、顔料表面にカルボキシル基またはスルホン基を有するカーボンブラックまたは有機顔料である上記インクジェット用記録液に関する。また、本発明は、自己分散型顔料及び水のみからなる、顔料濃度20重量%としたときの表面張力が60mN/m以上である顔料分散体に、水性媒体およびアクリル酸とマレイン酸またはその無水物との共重合体を添加してなり、上記自己分散型顔料の、レーザーによる動的光散乱法の粒度分布計で測定

した体積累計50%粒子径が80nm以上、体積累計99%粒子径が400nm以下である上記インクジェット用記録液に関する。

【0007】また、本発明は、アクリル酸とマレイン酸またはその無水物との共重合体の数平均分子量が1000~100000である上記インクジェット用記録液に関する。また、本発明は、アクリル酸とマレイン酸またはその無水物との共重合体が、アクリル酸とマレイン酸またはその無水物とを5/1~1/1のモル比で重合して得られる共重合体である上記インクジェット用記録液に関する。また、本発明は、アクリル酸とマレイン酸またはその無水物との共重合体及びカーボンブラック顔料表面のカルボキシル基またはスルホン基の中和剤を含む上記インクジェット用記録液に関する。

【0008】また、本発明は、アクリル酸とマレイン酸またはその無水物との共重合体の記録液中の含有量が0.01~1重量%である上記インクジェット用記録液に関する。また、本発明は、自己分散型顔料の平均一次粒子径が10~150nmである上記インクジェット用記録液に関する。さらに、本発明は、ベック平滑度20~80秒の普通紙に、上記インクジェット用記録液を用いて記録するインクジェット記録方法に関する。

【0009】

【発明の実施の形態】自己分散型顔料は、分散剤などを使用しなくても水に容易に分散しうる顔料であり、自己分散型顔料としては、顔料表面にカルボキシル基、スルホン基などの酸性官能基、またはそれらの塩を有するカーボンブラックまたは有機顔料が好適に使用される。なお、自己分散性がない顔料は、界面活性剤や水溶性樹脂などの分散剤を多量に使用しなければ水性媒体中に分散することができず、記録液を調整した際に、過剰な分散剤の影響で、顔料の記録紙繊維内部への浸透が促進されることがあり、印字物の光学濃度が低下するため、本願発明には不適當である。

【0010】顔料表面にカルボキシル基やスルホン基を有する自己分散型顔料は、顔料に酸化処理、スルホン化処理等の表面処理を施すことにより得られる。顔料表面の酸化処理は、水性媒体中で、硝酸、硫酸、過硫酸カリウム、過マンガン酸カリウム、次亜ハロゲン酸塩などの酸化剤と共に顔料を加熱処理したのち、水洗する方法により行うことができる。また、顔料表面のスルホン化処理は、スルホン化ピリジン塩、アミド硫酸、フルオロ硫酸、クロロ硫酸、三酸化硫黄、発煙硫酸、硫酸等のスルホン化剤と共に顔料を加熱処理したのち、水洗する方法により行うことができる。

【0011】自己分散型顔料の原料となるカーボンブラックは、チャネルブラック法、ファーネスブラック法、アセチレンブラック法等の種々の方法によって製造される顔料で、酸性カーボン、中性カーボン、塩基性カーボンのいずれもが使用できる。カーボンブラックとして具

体的には、三菱化学社製のMA-7、MA-8、MA-100、#2200B、#2600、MCF88、No. 10B、No. 33、No. 40、No. 4000B、No. 52、CF-9、キャボット社製のRegal 400R、660R、330R、MOGUL L、デグサ社製のColor Black FW1、FW18、S170、S150、Printex U、35、コロンビアカーボン社製のREVEN 1255等を例示できる。

【0012】自己分散型顔料の原料となる有機顔料としては、トルイジンレッド、トルイジンマルーン、ハンザエロー、ベンジジンエロー、ピラズロンレッドなどの不溶性アゾ系顔料、リトルレッド、ヘリオボルドー、ピグメントスカーレット、パーマネントレッド2Bなどの溶性アゾ系顔料、アリザリン、インダントロン、チオインジゴマルーンなどの建築染料からの誘導体、フタロシアニンブルー、フタロシアニングリーンなどのフタロシアニン系顔料、キナクリドンレッド、キナクリドンマゼンタなどのキナクリドン系顔料、ペリレンレッド、ペリレンスカーレットなどのペリレン系顔料、イソインドリノンエロー、イソインドリノンオレンジなどのイソインドリノン系顔料、イソインドリン系顔料、ピランスロンレッド、ピランスロンオレンジなどのピランスロン系顔料、チオインジゴ系顔料、縮合アゾ系顔料、ベンズイミダズロン系顔料、フラバンスロンエロー、アシルアミドエロー、キノフタロンエロー、ニッケルアゾエロー、銅アゾメチンエロー、ペリノンオレンジ、アンスロンオレンジ、ジアンスラキノニルレッド、ジオキサジンバイオレット等が例示できる。なかでも、キナクリドン系顔料、フタロシアニン系顔料、ベンズイミダズロン系顔料、イソインドリノン系顔料およびキノフタロン系顔料からなる群より選ばれる少なくとも1種の有機顔料を用いることが耐光性等の点から好ましい。

【0013】上記自己分散型顔料は、平均一次粒子径が10~150nmであることが好ましい。顔料の平均一次粒子径が150nmを越える場合、インクジェット用記録液のような低粘度の系では、保存中に顔料の沈降を発生するが多い。また、顔料の平均一次粒子径が10nm未満の場合、粒子間の凝集が激しく、同様に安定に分散することが難しい。顔料の一次粒子が上記の大きさである場合、記録液中での沈降が防止され、分散安定性の良好な記録液が得られる。

【0014】また、本発明のインクジェット用記録液は、上記自己分散型顔料及び水のみからなる、顔料濃度20重量%としたときの表面張力が60mN/m以上、特に好ましくは65mN/m以上、75mN/m以下である顔料分散体に、水性の液体およびアクリル酸とマレイン酸またはその無水物との共重合体を添加してなるものであることが好ましい。上記顔料分散体の表面張力が60mN/m未満である場合、不純物や自己分散型顔料

を調製する際の副生成物である水溶性物質が多量に含まれている可能性があり、記録液の分散安定性が損なわれるとともに印字物の光学濃度も低下する。

【0015】さらに、本発明のインクジェット用記録液中の自己分散型顔料の粒度分布は、レーザーによる動的光散乱法の粒度分布計で測定した体積累計50%粒子径が80nm以上、特に好ましくは100nm以上であり、体積累計99%粒子径が400nm以下、特に好ましくは350nm以下であることが好ましい。体積累計50%粒子径が80nm未満の場合、顔料が記録紙繊維内部へしみ込み易くなり、印字物の光学濃度が低下する。また、体積累計99%粒子径が400nmを越える場合、粗大粒子の影響で保存安定性及びノズルでの吐出安定性が低下し、記録液として十分な品質が得られない。

【0016】本発明において、アクリル酸とマレイン酸またはその無水物との共重合体は、印字物の光学濃度を向上するために添加する。この共重合体は、ごく少量の添加で記録液の光学濃度を向上する効果があり、記録液中の含有量が0.01~1重量%であることが好ましい。含有量が0.01重量%未満の場合、印字物の光学濃度を向上する効果が低い。また、1重量%を超える場合、分散安定性が低下し、顔料粒子の凝集を発生するため、ノズルにおける吐出安定性が低下するとともに印字物の光学濃度が低下する。

【0017】アクリル酸とマレイン酸またはその無水物との共重合体は、通常、溶液重合、懸濁重合、塊状重合等の方法によりラジカル重合で合成される。得られる共重合体の数平均分子量は1000~100000、特に1000~50000であることが好ましい。また、共重合体中のアクリル酸とマレイン酸またはその無水物のモル比は5/1~1/1であることが好ましい。共重合体上記の組成である場合、顔料の分散安定性、ノズルにおける吐出安定性、印字物の光学濃度の点で好ましい。

【0018】さらに、本発明のインクジェット用記録液は、アクリル酸とマレイン酸またはその無水物との共重合体及び顔料表面のカルボキシル基またはスルホン基の中和剤を含むことが好ましい。中和剤を含まない場合、顔料表面の酸性官能基が解離しにくいため、水性媒体中で顔料粒子間に十分な電荷反発が発生せず、分散安定性が低下する。また同様に、アクリル酸とマレイン酸またはその無水物との共重合体のカルボキシル基が解離しにくいため、水性媒体に溶解しにくくなる。中和剤としては、水酸化ナトリウムや水酸化カリウムなどのアルカリ金属の水酸化物やアンモニア、トリエチルアミンやトリエタノールアミン、N、N-ジメチルエタノールアミンなどの各種有機アミンなどが好適に使用される。

【0019】本発明の記録液を構成する水性媒体は、水および必要に応じて水性溶剤を含む水性の液体である。

水としては、金属イオン等を除去したイオン交換水、蒸留水または精製水を、記録液の49~95重量%の範囲で用いる。水性溶剤には、記録液のノズル部分での乾燥、記録液の固化を防止し、安定に記録液の噴射を行わせ、ノズルの経時での乾燥を防止するための保湿剤として働く水性溶剤と、記録液の被印刷体が紙のような浸透性のある材料のときに、紙への記録液の浸透をはやめ見掛けの乾燥性を早くする浸透剤として働く水性溶剤と、記録液の紙での乾燥を速めるための乾燥促進剤として働く水性溶剤とがある。

【0020】保湿剤として働く水性溶剤としては、1, 3-プロパンジオール、1, 2-ヘキサジオール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、テトラエチレングリコール、ポリエチレングリコール、ジプロピレングリコール、2, 4, 6-ヘキサントリオール、グリセリン、テトラフルフリルアルコール、ケトンアルコール、N-メチル-2-ピロリドン、置換ピロリドン、4-メトキシ-4-メチルペンタノン等が例示できる。これらの水性溶剤は、単独ないし混合して記録液の1~50重量%、好ましくは2~25重量%の範囲で用いられる。

【0021】浸透剤として働く水性溶剤としては、ジエチレングリコールモノブチルエーテル、エチレングリコールモノブチルエーテル、エチレングリコールモノエチルエーテル等、ポリエチレングリコールモノラウリルエーテルのグリコールエーテル、エチレングリコール、プロピレングリコール等のアルキレングリコールが例示できる。これらの水性溶剤は、単独ないし混合して記録液の0~5重量%、好ましくは1~5重量%の範囲で用いられる。浸透剤として働く水性溶剤は、上記使用量で十分な効果があり、これよりも多いと印字のしみ、紙抜け（プリントスルー）を起こし好ましくなくなる。

【0022】乾燥促進剤として働く水性溶剤としては、メタノール、エタノール、イソプロピルアルコール等の低級アルコール類が例示できる。これらの水性溶剤は、単独ないし混合して記録液の0.1~20重量%、好ましくは1~10重量%の範囲で用いられる。本発明のインクジェット記録液には、防黴剤、キレート剤をはじめとする種々の添加剤を添加することができる。本発明のインクジェット用記録液には、上記自己分散型顔料、アクリル酸とマレイン酸またはその無水物との共重合体、中和剤、水性媒体の他に、他の水性樹脂、防腐剤、染料等の着色補助剤、キレート剤、pH調製剤、消泡剤、尿素、ジメチル尿素などの添加剤を添加することができる。

【0023】他の水性樹脂としては、印字物の耐水性、定着性を更に向上するために、水溶性または水分散性の樹脂を単独で、または混合して使用することができる。水溶性樹脂として具体的には、アクリル系樹脂、ポリエステル系樹脂、ポリアミド系樹脂、ポリウレタン系樹脂

脂、ポリビニルアルコール、セルロースエステル類、ポリビニルピロリドンなどが挙げられ、これらは記録液の0～1重量%の範囲で用いられる。また、水分散性樹脂として具体的には、アクリル系樹脂、ポリエステル系樹脂、ポリウレタン系樹脂などが挙げられ、これらは記録液の0～5重量%の範囲で用いられる。

【0024】防腐剤は、記録液の腐敗、黴の発生を防止するものであり、デヒドロ酢酸ナトリウム、安息香酸ナトリウム、ソジウムピリジンチオン-1-オキサイド、ジメチルピリジンチオン-1-オキサイド、1, 2-ベンズイソチアゾリン-3-オン、1-ベンズイソチアゾリン-3-オンのアミン塩、2, 2-ジブプロモ-2-ニトロエタノール等が用いられる。これらは、記録液の0.05～1.0重量%の範囲で用いられる。

【0025】キレート剤は、記録液中の金属イオンを封鎖し、ノズル部での金属の析出や記録液中で不溶性物の析出等を防止するものであり、エチレンジアミンテトラアセティックアシド、エチレンジアミンテトラアセティックアシドのナトリウム塩、エチレンジアミンテトラアセティックアシドのジアンモニウム塩、エチレンジアミンテトラアセティックアシドのテトラアンモニウム塩等が用いられる。これらは、記録液の0.005～0.5重量%の範囲で用いられる。

【0026】また、色相の調整、濃度の付与等を目的として、耐水性、耐光性に問題の無いような形で、染料を用いることができる。また、記録液のpHを調整し、記録液の安定ないし記録装置中の記録液配管との安定性を得るため、アミン、無機塩、アンモニア等のpH調整剤、リン酸等の緩衝液を用いることができる。また、記録液の循環、移動、あるいは記録液製造時の泡の発生を防止するため、消泡剤を添加することもできる。

【0027】本発明のインクジェット用記録液は、通常、水性媒体中に上記自己分散型顔料を分散して顔料分10～50重量%の水性顔料分散体とした後、該水性顔料分散体に水性媒体、アクリル酸とマレイン酸またはその無水物との共重合体、および必要に応じて他の水性樹脂、中和剤及びその他の添加剤を加え、ディスパー等で混合攪拌することにより製造できる。なお、水性顔料分散体の製造は、ディスパー、サンドミル、ホモジナイザ

一等を用いて行うことができる。上記水性顔料分散体は、必要に応じて遠心分離を行い、粗大粒子を除去する。

【0028】水性顔料分散体は、希釈の前または後に、孔径1.0μm以下のフィルター、孔径0.65μm以下のフィルター、さらには孔径0.45μm以下のフィルターで十分濾過することが好ましい。孔径1.0μm以下のフィルターで濾過して粗粒子を除去することにより、ノズルにおける吐出安定性の良好なインクジェット用記録液が得られる。フィルター濾過に先立ち遠心分離による濾過を行うこともでき、これにより、フィルター濾過における目詰まりを少なくし、フィルター交換を少なくできる。

【0029】記録液の粘度は、記録装置の方式にもよるが、25℃において0.8～20mPa・sであることが好ましい。粘度が20mPa・sを越える場合、記録液の吐出安定性を低下させる可能性がある。記録液の表面張力は25～60mN/mであることが好ましく、pHは、特に制約されないが4～12の範囲、好ましくは7～9の弱アルカリ性である。本発明のインクジェット用記録液は、バック平滑度20～80秒の普通紙に記録した場合にも、記録液中の顔料粒子が普通紙の内部に沈み込まず、発色性の良好な記録物が得られる。

【0030】

【実施例】以下、実施例に基づき、本発明をさらに詳細に説明するが、本発明は実施例に特に限定されるものではない。実施例中、部及び%は、それぞれ重量部及び重量%を表す。

【0031】（実施例1）アクリル酸と無水マレイン酸を5/1のモル比で重合し、数平均分子量5000の共重合体Aを得た。顔料表面にカルボキシル基を有するカーボンブラック（自己分散型顔料）の水分散体（キャボット・スペシャルティ・ケミカルズ・インク社製「CAB-O-JET 300」、固形分15%、顔料濃度20%としたときの表面張力73mN/m）25.0部と下記の原料を混合、攪拌した後、孔径1.0μmのニトロセルロース製メンブランフィルターで減圧濾過し、記録液を調製した。

共重合体A	1.0部
グリセリン	6.0部
アクリル樹脂エマルジョン （日本ポリマー株式会社製「F-157」、固形分40%）	2.3部
精製水	65.7部

【0032】（実施例2）アクリル酸と無水マレイン酸を3/1のモル比で重合して数平均分子量10000の

共重合体Bを得て、実施例1と同様にして下記組成の記録液を調製した。

顔料表面にカルボキシル基を有するカーボンブラックの水分散体 （キャボット・スペシャルティ・ケミカルズ・インク社製 「CAB-O-JET 300」、固形分15%）	25.0部
共重合体B	0.5部

グリセリン	6.0部
アクリル樹脂エマルジョン (日本ポリマー株式会社製「F-157」、固形分40%)	2.3部
精製水	66.2部
【0033】(実施例3) アクリル酸と無水マレイン酸 を2/1のモル比で重合して数平均分子量50000の	共重合体Cを得て、実施例1と同様にして下記組成の記録液を調製した。
顔料表面にカルボキシル基を有するカーボンブラックの水分散体 (キャボット・スペシャルティ・ケミカルズ・インク社製 「CAB-O-JET 300」、固形分15%)	25.0部
共重合体C	0.1部
グリセリン	6.0部
アクリル樹脂エマルジョン (日本ポリマー株式会社製「F-157」、固形分40%)	2.3部
精製水	66.6部
【0034】(実施例4) 実施例1と同様にして下記組成の記録液を調製した。	
顔料表面にカルボキシル基を有するカーボンブラックの水分散体 (キャボット・スペシャルティ・ケミカルズ・インク社製 「CAB-O-JET 300」、固形分15%)	25.0部
共重合体A(実施例1で得たもの)	0.005部
グリセリン	6.0部
アクリル樹脂エマルジョン (日本ポリマー株式会社製「F-157」、固形分40%)	2.3部
精製水	66.695部
【0035】(実施例5) 実施例1と同様にして下記組成の記録液を調製した。	
顔料表面にカルボキシル基を有するカーボンブラックの水分散体 (キャボット・スペシャルティ・ケミカルズ・インク社製 「CAB-O-JET 300」、固形分15%)	25.0部
共重合体B(実施例2で得たもの)	2.0部
グリセリン	6.0部
アクリル樹脂エマルジョン (日本ポリマー株式会社製「F-157」、固形分40%)	2.3部
精製水	64.7部
【0036】(実施例6) アクリル酸と無水マレイン酸 を10/1のモル比で重合して数平均分子量5000の	共重合体Dを得て、実施例1と同様にして下記組成の記録液を調製した。
顔料表面にカルボキシル基を有するカーボンブラックの水分散体 (キャボット・スペシャルティ・ケミカルズ・インク社製 「CAB-O-JET 300」、固形分15%)	25.0部
共重合体D	1.0部
グリセリン	6.0部
アクリル樹脂エマルジョン (日本ポリマー株式会社製「F-157」、固形分40%)	2.3部
精製水	65.7部
【0037】(実施例7) アクリル酸と無水マレイン酸 を5/1のモル比で重合して数平均分子量120000	の共重合体Eを得て、実施例1と同様にして下記組成の記録液を調製した。
顔料表面にカルボキシル基を有するカーボンブラックの水分散体 (キャボット・スペシャルティ・ケミカルズ・インク社製 「CAB-O-JET 300」、固形分15%)	25.0部
共重合体E	1.0部
グリセリン	6.0部
アクリル樹脂エマルジョン	2.3部

(日本ポリマー株式会社製「F-157」、固形分40%)

精製水 65.7部

【0038】(比較例1) 実施例1と同様にして下記組成の記録液を調製した。

顔料表面にカルボキシル基を有するカーボンブラックの水分散体

(キャボット・スペシャルティ・ケミカルズ・インク社製

「CAB-O-JET 300」、固形分15%) 25.0部

グリセリン 6.0部

アクリル樹脂エマルジョン 2.3部

(日本ポリマー株式会社製「F-157」、固形分40%)

精製水 66.7部

【0039】(比較例2) 非自己分散型カーボンブラック(デグサ社製「プリンテックス 55」)15.0部、アクリル樹脂系顔料分散剤(ジョンソンポリマー株式会社製「PDX-6101」)7.0部、精製水82.0部を混合し、サンドミルにより分散して、水性顔

料分散体を調製した。得られた水性顔料分散体25.0部と下記の原料を混合、攪拌した後、孔径1.0μmのニトロセルロース製メンブランフィルターで減圧濾過し、記録液を調製した。

共重合体A(実施例1で得たもの) 1.0部

グリセリン 6.0部

アクリル樹脂エマルジョン 2.3部

(日本ポリマー株式会社製「F-157」、固形分40%)

精製水 65.7部

【0040】実施例及び比較例で調製した記録液について、粘度、分散粒子径、吐出安定性、耐光性、保存安定性を評価した。評価結果を表1に示す。評価は以下の方法に従って行った。

【0041】[粘度] B型粘度計(株式会社東京計器製)を使用して、60rpmにおける粘度を25℃で測定した。

[分散粒子径] 記録液の粒度分布を、レーザーによる動的光散乱法の粒度分布計(日機装株式会社製「マイクロトラック UPA モデル9230」)により測定した。各記録液につき3回の測定を行い、それらの平均値を算出して体積累計50%粒子径及び体積累計99%粒子径を求めた。

【0042】[吐出安定性] 記録液をインクジェットプリンター(ヒューレットパカード社製「DeskJet 560J」)のカートリッジに充填して、ゼロックス社製「4024紙」に印字し、記録物の印字状態を目視で評価した。

○: ドット抜け、方向の乱れ無し

△: わずかにドット抜け、方向の乱れあり

×: ドット抜け、方向の乱れが著しい

[光学濃度] ゼロックス社製「4024紙」への印字物

の光学濃度を反射濃度計(マクベス社製「RD918」)で測定した。

【0043】[保存安定性] 記録液を60℃で4週間経時促進し、促進前後の記録液の分散粒子径と粘度を比較し、保存安定性の評価を行った。

(分散粒子径)

○: 促進後の記録液の体積累計50%粒子径が、促進前の記録液の体積累計50%粒子径+10nm未満

△: 促進後の記録液の体積累計50%粒子径が、促進前の記録液の体積累計50%粒子径+10nm~+50nm

×: 促進後の記録液の体積累計50%粒子径が、促進前の記録液の体積累計50%粒子径+50nmより大きい(粘度変化)

○: 促進後の記録液の粘度が、促進前の記録液の粘度+0.2mPa・s以下

△: 促進後の記録液の粘度が、促進前の記録液の粘度+0.2mPa・sより大きく、+0.5mPa・s以下

×: 促進後の記録液の粘度が、促進前の記録液の粘度+0.5mPa・sより大きい

【0044】

【表1】

	粘度 (mPa・s)	分散粒子径		吐出 安定性	光学 濃度	保存安定性	
		D <sub>50</sub>	D <sub>90</sub>			粘度 変化	分散 粒子径
実施例 1	2.7	142	345	○	1.43	○	○
実施例 2	2.9	138	384	○	1.45	○	○
実施例 3	2.6	134	356	○	1.42	○	○
実施例 4	2.1	133	389	△	1.30	○	○
実施例 5	3.0	202	643	△	1.15	△	△
実施例 6	2.8	141	359	○	1.29	○	○
実施例 7	5.5	139	376	△	1.33	△	△
比較例 1	2.0	140	367	×	1.28	○	○
比較例 2	4.8	168	456	×	0.80	×	×

## 【0045】

【発明の効果】本発明により、分散安定性に優れたインクジェット用記録液が得られるようになった。また、本発明により得られた顔料分散型記録液を使用した印字物は、染料を使用した記録液を使用した印字物と比較し

て、耐光性に優れる。さらに、自己分散型顔料を使用し、記録液中にアクリル酸とマレイン酸またはその無水物との共重合体を含有させることにより、記録紙上での反射濃度が高い印字物が得られるようになった。